(19)日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

FΙ

(11)特許出願公告番号

特公平6-25086

(24)(44)公告日 平成6年(1994)4月6日

(51)Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

技術表示箇所

C07C 39/16

9159-4H

37/01

9159-4H

請求項の数12(全 6 頁)

(21)出願番号

特願平1-175784

(22)出願日

平成1年(1989)7月10日

(65)公開番号

特開平2-67238

(43)公開日

平成2年(1990)3月7日

(31)優先権主張番号

217026

(32)優先日

1988年7月11日

(33)優先権主張国

米国(US)

(71)出願人 999999999

ゼネラル・エレクトリック・カンパニイ アメリカ合衆国、ニユーヨーク州、スケネ

クタデイ、リバーロード、1番

(72)発明者 ダニエル・ウェイン・フォックス

アメリカ合衆国、マサチューセッツ州、ピ ッツフィールド、ダウェス・アベニュー、

193番

(72)発明者 エドワード・ノーマン・ピーターズ

アメリカ合衆国、マサチューセッツ州、レ ノックス、ピー・オー・ボックス775、ウ

ェスト・ストリート、51番

(74)代理人 弁理士 生沼 徳二

審査官 佐々木 秀次

(56)参考文献 特公 昭39-28648 (JP, B1)

特公 昭39-19159 (JP, B1)

(54)【発明の名称】 スクラップポリエステルからの二価フェノールの回収方法

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】(a)ポリカーボネート、コポリエステルカーボネート及びポリアリーレートから成る群から選ばれる芳香族ポリエステルを

- (i)前記芳香族ポリエステルのエステル結合を切断する のに十分な強度のアンモニア水溶液及び
- (ii)前記ポリエステルが少なくとも部分的に可溶である 塩化アルキルと接触させること、
- (b) 上相が水性であり、そして下相が前記塩化アルキルでありアンモニウム二価フェノレートを含有する、2つ 10の流動性液体相を形成すること、
- (c)上相を下相から分離すること及び
- (d) 下相から二価フェノールを回収することから成るスクラップポリエステルからの二価フェノールの回収方法。

2

【請求項2】二価フェノールがビスフェノールーAである請求項1記載の方法。

【請求項3】塩化アルキルが塩化メチレンである請求項 1記載の方法。

【請求項4】アンモニア溶液が水酸化アンモニウムである請求項1記載の方法。

【請求項5】ポリエステルがポリカーボネートである請求項1記載の方法。

【請求項6】ポリエステルがコポリエステルカーボネートである請求項1記載の方法。

【請求項7】ポリエステルがポリアリーレートである請求項1記載の方法。

【請求項8】二価フェノールがビスフェノールーAである請求項5記載の方法。

【請求項9】二価フェノールがビスフェノールーAであ

る請求項6記載の方法。

【請求項10】二価フェノールがビスフェノールーAである請求項7記載の方法。

3

【請求項11】塩化アルキルが塩化メチレンである請求項5記載の方法。

【請求項12】アンモニア溶液が水酸化アンモニウムである請求項11記載の方法。

【発明の詳細な説明】

発明の背景

過去において、多くの天然産物が物品に成形され、そし 10 て有用寿命が尽きると廃棄されていた。これらの物品の 多くは、成分に分解して本質的にそれが採出された環境 に戻される鉄又は有機質物質等の天然に産出する物質か ら製造されていた。しかし、人造物質の出現によりスク ラップ製品及び材料の取扱いの問題が可成り増えつつあ る。これらの物質の多くは、実質的に生物学的分解が可 能ではない。ここ数年で特に重要なのは、人造プラスチ ック材料である。それらは、例えば包装材料、自動車部 品及び装置等の消費者の領域における多くの物体におい て益々有用になりつつある。明らかに、これらのスクラ ップ材料を回収し、そしてそれらを有用な成分化学物質 に転化する方法が公共のために極めて有益となるであろ う。

芳香族ポリエステルスクラップから再利用のために二価フェノールを回収するための新規な方法が案出された。 その方法は簡便であり、実際的であり、そして周知の物質を利用できる。

発明の概要

本発明に従って、

- (a) ポリカーボネート、コポリエステルカーボネート及 びポリアリーレートから成る群から選ばれる芳香族ポリ エステルを
- (i) 前記芳香族ポリエステルのエステル結合を切断する のに十分な強度のアンモニア水溶液及び
- (ii)前記ポリエステルに対して少なくとも部分的に溶媒 である塩化アルキル

と接触させること、

- (b) 上相が水性であり、そして下相が前記塩化アルキルでありそしてアンモニウム二価フェノレートを含有する、2つの流動性液体相を形成すること、
- (c)上相を下相から分離すること及び
- (d) 下相から二価フェノールを回収することから成るスクラップ芳香族ポリエステルからの二価フェノールの回収方法が提供される。回収される好適な二価フェノールは、ビスフェノールーAである。好適な芳香族ポリエステルは、ポリカーボネートである。

発明の詳述

本明細書中で使用されている「スクラップ」という用語

は、最早保有するのに十分な価値、利点、有用性又は有効性を有しないために放棄された芳香族ポリエステルをいう。この様なスクラップ芳香族ポリエステルの例は、包装材料、ボトル、更に成形した物体においては最早経済的有用性を有しない何れかの再粉砕物質、その他の応用分野では容易に有用ではない仕様を外れた物質又は有用寿命を失なったその他の何れかの物質を包含する。本発明において有用な芳香族ポリエステルは、芳香族ポリカーボネート、コポリエステルカーボネート及びポリアリーレートを包含する。本発明において(a)の成分として使用するのに適した芳香族ポリカーボネート樹脂は、二価フェノールをホスゲン、ハロホルメート又は炭酸エステル等のカーボネート前駆物質と反応させることにより製造し得る。典型的には、上記カーボネートポリマーは式:

$$0$$
 $-$ A 0

(式中Aはポリマー生成反応に使用される二価フェノー 20 ルの二価の芳香族残基である)

の繰返し構造単位を含むものとして現わされる。好ましくは、本発明に係わる芳香族ポリエステルを与えるのに使用される前記カーボネートポリマーは、塩化メチレン中、25℃で測定して約0.30乃至約1.20dl/gの範囲内の固有粘度を有する。二価フェノールのアンモニウム塩は、前記塩化アルキル相中に優先的に可溶である。前記芳香族カーボネートポリマーを得るのに使用し得る二価フェノールは、官能基として夫々芳香族核の炭素原子に直接結合した2個のヒドロキシ基を含む単核又は多な芳香族化合物であり、複数の芳香族核はアルキレン、アルキリデン、シクロアルキレン又はシクロアルキリデン基によって分離されている。複数の芳香族核は、共有結合によって連結され得る。代表的な二価フェノールは、

- 2, 2ービス(4ーヒドロキシフェニル)プロパン、
- 2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) ペンタン、ビフェノール、
- 2, 4′ (ジヒドロキシジフェニル) メタン、

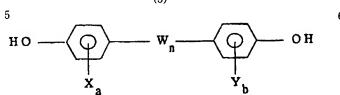
ビス(2-ヒドロキシフェニル)メタン、

40 ビス (4-ヒドロキシフェニル) メタン、

ビス (4-ヒドロキシ-5-ニトロフェニル) メタン、

- 1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、
- 3, 3ービス(4ーヒドロキシフェニル)ペンタン、
- 2, 2′ ージヒドロキシジフェニル、
- 2, 6-ジヒドロキシナフタレン、
- 2, 2-ビス (3, 5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル) プロパン

である。式で示すと、好適な二価フェノールは式:



で表わされる。式中、X及びYは同一であり、又は異な り、そしてクロロ、ブロモ又は1乃至3個の炭素原子を 含むアルキルであり、Wは2乃至12個の炭素原子を含 むアルキレン、1乃至12個の炭素原子を含むアルキリ デン、4乃至8個の炭素原子を含むシクロアルキレン又 10 から製造されるが、どの芳香族二酸又はジフェノールを は4乃至8個の炭素原子を含むシクロアルキリデンであ り、a及びbは同一であり、又は異なり、そしてO又は 1乃至4の整数であり、nは0又は1であり、a及びb は共に好ましくは0であり、nは好ましくは1である。 前記アルキレン及びアルキリデンは、直鎖又は枝分れ鎖 であり、そして好ましくは最大で8個の炭素原子を含 む。

ビスフェノールーAが、好適である。

これらの芳香族ポリカーボネートは、例えば前述した様 に、前記文献及び米国特許第4、018、750号及び 20 同4、123、426号各明細書に示された方法に従っ て二価フェノールをホスゲン等のカーボネート前駆物質 と反応させる方法、例えば米国特許第3,153,00 8号明細書に開示されている様なエステル交換反応法及 び当該技術分野の熟達者に公知の他の方法などの公知の 方法によって製造し得る。

本発明に係わるポリカーボネートの製造でホモポリマー よりも寧ろカーボネート共重合体が望ましい場合には、 2種又はそれ以上の異なる二価フェノール、あるいは二 価フェノールとグリコール、ヒドロキシーもしくは酸ー 末端停止ポリエステル又は二塩基酸との共重合体を使用 することもできる。そのほか、米国特許第4,001, 184号明細書に記載されている様な枝分れポリカーボ ネートも有用である。そのほかに、線状ポリカーボネー トと枝分れポリカーボネートのブレンドも使用し得る。 更に、本発明の実施に際して前記芳香族ポリカーボネー トを与えるために前記物質の何れかのブレンドンを使用 することもできる。何れにしても、本発明において(a) の成分として使用するのに適した芳香族カーボネートポ リマーは、2、2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プ 40 ロパン(ビスフェノールーA)から誘導されるホモポリ マーである。

本発明において使用し得る芳香族コポリエステルカーボ ネートは、米国特許第3,169,121号、同4,1 56,069号、同4,260,731号各明細書等に 見られる様なエステル及びカーボネート反復単位を含む 芳香族ポリマーを包含する。かかるポリマーのうち、二 価フェノールとしてビスフェノールーAを用いたポリマ ーが好ましい。好適な芳香族酸は、イソフタル酸、テレ

の製造法は良く知られており、前記に引用した文献に記 載されている。

ポリアリーレートは、全てエステル結合を有するポリマ ーである。それらは、通常は二価フェノールとフタル酸 使用することもできる。これらのポリマー及びこれらの 製造法は良く知られており、例えばアモコ (AMOCO) か らアーデル(ARDEL)の商品名で市場入手可能である。 好適に使用される二価フェノールはビスフェノールーA であり、そして芳香族二酸はテレフタル酸、イソフタル 酸又はこれら両者の組合せである。

過去において、ポリカーボネート樹脂が分析の目的で水 酸化カリウム又は水酸化ナトリウムのテトラヒドロフラ ン等の溶媒中でのアルコール性溶液と接触させること で、急速に分解されている。これは、ポリカーボネート を急速に開裂させ、それと同時に二価フェノールを測定 していた。本発明においては、強塩基水酸化物は使用し ない。寧ろ、アンモニア溶液を使用する。また、可溶化 にエーテルは使用しない。 寧ろ、1、2-ジクロロエチ レン、クロロホルム、塩化メチレン等の従来からの塩化 アルキル又は塩化イソプロピル等の他の塩素化アルキル を可溶化物質として使用する。塩化メチレンが好適であ

一般的には、二価フェノールの塩は有機相ではなく水性 相に可溶であると予想される。このことは、ビスフェノ ールーAのナトリウム塩が水酸化ナトリウム水溶液に可 溶であり、ホスゲン及び得られるポリカーボネート樹脂 が塩化メチレン相に可溶であるポリカーボネート及びコ ポリエステルカーボネートの界面製造の理論的基盤であ り、そして推進手段でもある。しかし、本発明において ポリカーボネート樹脂を塩化アルキルおよび水酸化アン モニウムの混合物と接触させた後にアンモニウム二価フ エノレートが生成したときには、得られるアンモニウム ニ価フェノレート塩は塩化アルキル相に優先的に可溶で あることが分った。塩化アルキル相の少なくとも70重 量%といった極めて大きな濃度に及びかかる溶解度によ って、分子中の他の単量体単位がカーボネートのみ、カ ーボネートと芳香族酸あるいはポリアリーレートにみら れる様な芳香族酸自体であるかに拘らずこれらの単量体 単位から二価フェノールの可成りの分離がもたらされ、 これによって本発明の要件が満たされる。この時点から 以降は、塩化アルキル相を水性相から分離し、そして前 記有機相から二価フェノールを回収することは比較的容 易な作業となる。二価フェノールの様々な回収法を使用 フタル酸又はこれら両者の組合せである。前記ポリマー 50 し得る。塩化アルキルを単に沸点に加熱し、塩化アルキ

ルとアンモニアを取り除き、二価フェノールを残存させることができる。アンモニアは、所望ならば再循環することができる。これに代わる方法としては、塩化アルキルより高い温度で沸騰しそしてビスフェノールーAが低温で不溶である高温の溶媒に前記塩化アルキルを加える。かかる溶媒の例は、トルエン、キシレン、ベンゼン及びクロロベンゼンを包含する。高温溶媒の熱が、低沸点の塩化アルキル及びまたフェノレート塩の形で存在するアンモニアを留去させる。従って、この溶媒が冷却すると実質的に精製された二価フェノールが溶媒から結晶化する。

水酸化アンモニウムの強度は、比較的重要である。水酸 化アンモニウムの強度は、芳香族ポリエステルの結合を 比較的短時間で、そして実質的に完全に開裂するのに十 分であるべきである。一般的に、濃水酸化アンモニウ ム、即ち約18のモル濃度を有する水酸化アンモニウム を、有効に、そして容易に使用し得る。しかし、例えば モル濃度が約9まで下がったより低濃度水酸化アンモニ ウムも使用し得る。水酸化アンモニウムの弱い溶液を使 用する場合は、カーボネート結合の開裂を確実にするた 20 めに、芳香族ポリエステルとの接触時間を長くすること ができる。水酸化アンモニウムは、芳香族ポリエステル の結合を開裂し、そして二価フェノールの塩を形成し、 酸塩及び潜在的なアミドも同性に形成する。水酸化アン モニウムは、またポリマーの単量体単位と尿素も形成す る。従って、好ましくはポリエステルと接触して存在す る水酸化アンモニウムは、ポリエステル中に存在する二 価フェノールのモル数の実質的に4倍以上のモル量で存 在すべきである。二価フェノールに対する水酸化アンモ ニウムの適切なモル範囲は、約4.1乃至約20倍、好ま 30 しくは約5万至15倍である。本発明を特定の理論によ って拘束することは望まないが、この追加の水酸化アン モニウムが塩化アルキル有機相中での二価フェノールフ エノレート塩の可成りの溶解度をもたらすものと確信す る。ポリマーの切断の過程は、通常分光学的にカーボネ ート又はエステル結合の存在を測定することによって監 視することができる。カーボネート又はエステル結合が 存在しなくなったときに、二価フェノールが完全に遊離 する。水性相は、切断された芳香族ポリエステルの残部 を含有する。芳香族ポリカーボネートを使用した場合、 水性相中に尿素が見られる。コポリエステルカーボネー トを開裂した場合は、水性相中に尿素と芳香族酸アンモ ニウム塩が見られる。最後に、ポリアリーレートを開裂 した場合には、水性相中に酸アンモニウム塩及び/又は 酸アミドが見られる。

また、有機相も重要であることが分った。この分離系に 有効な塩化アルキル化合物は、比較的少数しかない。こ の回収系においては、例えばクロロベンゼン等の芳香族 塩素化合物は有効でない。トルエン等の非塩素化芳香族 溶媒も、この系においては作用しないことが分った。明 50 らかに、塩化アルキル溶媒を使用するときは、最初に芳香族ポリエステルの少なくとも一部を溶液とするのに十分な量の溶媒が存在すべきであり、そしてその後は遊離した二価フェノールに対し十分な量の溶媒が存在すべきである。一般的に言って、塩化アルキル溶媒については芳香族ポリエステル樹脂の約50万至約500重量%の範囲が十分な量である。好適な範囲は、約100万至約300である。上限を超えても、実際的な有利性がない。下限未満では、芳香族ポリエステルの可溶化が通常不十分であるか、又は遅くなり過ぎる。

塩化アルキル相中での二価フェノールの形態は、アンモニウム塩として言及されることに留意すべきである。分析は行なわれておらず、二価フェノールの正確な形態は分っていない。それがアンモニウム塩であることが確信されるが、しかし或る性質のアンモニウムビスフェノール錯体か又は種々の程度のアンモニウム塩と錯体との混合物であり得る。

スクラップ芳香族ポリエステルからの二価フェノールの 回収方法は、スクラップ芳香族ポリエステルそのものだけに限定されないことに留意すべきである。芳香族ポリエステルと他のポリマーとのブレンドも使用し得る。上記ブレンドの例は、ポリエチレンテレフタレート等のポリエステル又はポリスチレンを伴なうポリカーボネートを包含する。特に容易に分離可能なのは、固体添加剤を含む芳香族ポリエステル組成物である。上記添加剤の例は、顔料及びガラスもしくは炭素繊維等の補強材料を包含する。固体物質は工程順序の何れかの時点で取り除くことができるが、しかし固体二価フェノールの単離が生起する前に取り除くべきである。

0 他の単量体(群)からの二価フェノールの実際の分離は、塩化アルキル相の最小の汚染を伴なって達成される。極めて僅かな二価フェノールしか水性相中に見られない。

以下に、本発明の実施例を示す。これらの実施例は発明の概念を例証することを意図しており、狭めることを意図してはいない。

実施例1

塩化メチレン中、25℃で0.53万至0.55dl/gの固有粘度を有するビスフェノールーAポリカーボネートである登録商標レキサン (LEXAN®) 101ポリカーボネート樹脂60グラム (0.236モル)を、アンモニア28%、密度0.898の水酸化アンモニウム400ml (5.1モル)と塩化メチレン300mlの組合せ中に溶解した。2時間かくはんした後、ポリカーボネートが溶液状態となった。塩化メチレン相の赤外分析は、カーボネートのカルボニル基の強い吸収を示した。混合物を一晩(18時間)かくはんした。塩化メチレン相の分析で、カーボネート結合が何ら示されなくなった。これらの層を分離した。

3 蒸発後、水性層が約14.4グラムの尿素と1.6グラムの

ビスフェノールーAを含んでいた。塩化メチレン相を水 200mlで洗浄し、そして分離した。ビスフェノールー Aが、溶液から沈殿し始めた。沈殿物をデ過により単離 して、ビスフェノールーA40グラムを得た。塩化メチ レンを蒸発させて、ビスフェノールーA4グラムを得 た。全体で45.6グラムのビスフェノール-Aを回収し た。出発ポリカーボネート樹脂中のビスフェノールーA を基準として、収率は86%であった。

実施例2

塩化メチレンを350ml用い、そして混合物を24時間 10 かくはんした以外は、実施例1の方法に従った。その 後、水性層と塩化メチレン層を分離し、そして乾燥する まで蒸発させた。塩化メチレン層は、49.1グラムのビ スフェノールーAを生じた。水性層は、1.5グラムのビ スフェノールーAを生じた。全体で50.6グラムのビス フェノールーAは、95%の収率である。

実施例3

実施例1の方法に従い、そして同量の物質を用い、ビス フェノールポリカーボネート、水酸化アンモニウム及び 塩化メチレンを400回転/分で作動するかくはん機を 備えた1リットルの樹脂ケットル内でかくはんした。2 時間後、分光学的証拠は99%を超えるビスフェノール -Aが単量体形であることを示した。24時間後、実施 例2と同様にビスフェノール-Aと尿素を回収した。塩 化メチレン層は、52グラムのビスフェノールーAを含 んでいた。水性層は、13グラムの尿素と0.グラムのビ スフェノールーAを含んでいた。ポリカーボネート中の ビスフェノールーAを基準としたビスフェノールーAの 収率は、98.5%であった。

実施例4

水酸化アンモニウムを200ml (2.95モル) だけ使用 した以外は実施例3の方法に従い、3時間の反応後、単 量体形のビスフェノールーAの百分率は96.5%であっ た。24時間後、ビスフェノールーAと尿素を回収し た。塩化メチレン層は、51グラムのビスフェノールー Aを含んでいた。水性層は、13.5グラムの尿素と0.7 グラムのビスフェノールーAを含んでいた。ビスフェノ ールーAの収率は、96.8であった。

実施例5

水酸化アンモニウムを100ml (1.4モル) だけ使用し た以外は実施例3の方法に従い、4時間の反応後、単量 体形のビスフェノール-Aの百分率は84.1%であっ た。24時間後、ビスフェノール-Aの98.4%が単量 体形となった。この時点で、ビスフェノールーAと尿素 を回収した。塩化メチレン層は、50グラムのビスフェ ノール-Aを含んでいた。水性層は、13グラムの尿素 と0.4グラムのビスフェノール-Aを含んでいた。ビス フェノールーAの収率は、94.9%であった。

実施例3、4及び5は、反応速度及びビスフェノールー Aの回収に対する水酸化アンモニウムの減量の効果を示 50 実施例1の方法に従い、しかし20%のガラスで充填さ

している。

実施例6

実施例1の方法に従い、そして水酸化アンモニウムを7 7ml (1.13モル) だけ使用し、混合物を1リットル樹 脂ケットル内で400回転/分で24時間かくはんし た。塩化メチレン層を分離し、そして乾燥するまで蒸発 させた。塩化メチレン層は、46グラムのビスフェノー ルーAを生じ、収率は86%であった。

この実施例は、モル基準で20%過剰の水酸化アンモニ ウムを使用した場合の収率を示している。

実施例7

· 水酸化アンモニウムを 6 4 ml (0.944モル) だけ使用 した以外は実施例1の方法に従い、試薬を400回転/ 分で24時間かくはんした後、塩化メチレン層を蒸発の 後にビスフェノールーAについて分析した。37グラム のビスフェノールーAが存在した。80.2%の収率を得

この実施例は、水酸化アンモニウムをビスフェノールー Aに対し正確な化学量論比で用いた場合の収率を示して いる。水酸化アンモニウムを減らすと、ビスフェノール -Aの収率が減ることに留意すべきである。

実施例8

試薬として水酸化アンモニウムを200ml (2.95モ ル)、そして塩化メチレンを150ml使用した以外は実 施例1の方法に従い、1リットル樹脂ケットルを400 回転/分で24時間かくはんした。塩化メチレン層と水 性層を分離し、そして乾燥するまで蒸発させた。塩化メ チレン層中には、47.5グラムのビスフェノールーAが 存在した。水性層中には、0.48グラムのビスフェノー ルーAが存在した。合わせて44.9グラムのビスフェノ ールーAが得られ、理論量の92.6%の収率を与えた。 この実施例は、より多くの水酸化アンモニウムを添加 し、そして溶媒の量を減らすと、より濃縮された溶液及 び益々良好なビスフェノールーAの収率を与えることを 示している。

実施例9

水酸化アンモニウムを200ml (2.95モル)、溶媒と して塩化メチレンを60ml使用した以外は、実施例1の 方法に従った。24時間に亘って、1リットル樹脂ケッ トルを400回転/分でかくはんした。塩化メチレン層 を水層から分離し、乾燥するまで蒸発させ、そしてビス フェノールーAについて分析した。塩化メチレン層は、 49.5グラムのビスフェノール-Aを含んでいた。収率 は、理論量の95.8%であった。

この実施例は、更により濃縮された溶液を使用した以外 は前の実施例と本質的に同じであり、より少量の塩化ア ルキル溶媒が存在するとビスフェノールーAの収率が増 加することを示している。

実施例10

11

れ、即ち48グラムのビスフェノールーAポリカーボネートが存在するビスフェノールーAポリカーボネート組成物を60グラム用い、そのほか水酸化アンモニウム200ml及び塩化メチレン200mlをかくはん機を備えた1リットル樹脂ケットルに入れた。試薬を400回転/分でかくはんした。7時間後、ガラスを取り除くために混合物を焼結ガラス漏斗を通してデ過した。デ液層を分離し、そして溶媒を蒸発させた。塩化メチレン層中に、38グラムのビスフェノールーAが存在した。93%の収率を得た。

実施例11

60モルパーセントのビス(3,5ージメチルー4ーヒドロキシフェニル)スルホンと40モルパーセントのビスフェノールーAから製造された共重合体ポリカーボネート60グラムを、実施例1で使用したのと同じ水酸化アンモニウム200ml及び溶媒としての塩化メチレン200mlにより反応させた。反応をかくはん機を備えた1リットル樹脂ケットル内で行なった。試薬を、400回転/分で24時間かくはんした。塩化メチレン層と水性層を分離し、そして乾燥するまで蒸発させた。塩化メチ20レン中に、17.6グラムのビスフェノールーAと3.8グラムのスルホン二価フェノールが存在した。水性層中には、0.4グラムのビスフェノール・Aと13.7グラムのスルホン二価フェノールが存在した。

この実施例は、硫黄基等の異なるヘテロ原子を用いた共 重合体は、ビスフェノールーA二価フェノールの場合と 比較して幾分異なる水性層と有機層の分配係数を与える ことを示している。スルホン含有二価フェノールは、本 発明方法を用いて不満足な収率を与える。

12

実施例12

実施例1及び2から回収されたビスフェノールーAを、その後ビスフェノールーAポリカーボネートを製造するために使用した。ビスフェノールーA45グラムを、塩化メチレン300ml及び反応の間約10.5乃至11.5のpHに保たれる水230mlに加えた。ホスゲンを、0.5グラム/分の速度で全部で45分間加えた。反応槽内には、最初にそのほかパラーtertーブチルフェノールが0.74グラム(ビスフェノールーAを基準として2.5モルパーセント)の量で存在した。反応器内容物をかくはんを、ホスゲンの添加後に数分間続行した。塩化メチレン相を分離し、5%塩酸溶液で洗浄し、そしてその後更に水で3回洗浄した。ポリマーを、温水中での沈殿によって単離し、デ過し、そして乾燥させた。

0.59dl/gの固有粘度を有するビスフェノールーAポリカーボネート48グラムを単離した。示差走査熱量測定によって、151℃のTgを得た。これは、スクラップポリカーボネートから回収されるビスフェノールーAを、再びビスフェノールーAポリカーボネートを製造するために使用し得ることを示している。

本発明方法によって、芳香族ポリエステルからの二価フェノール、特にポリカーボネートからのビスフェノールーAの優良な回収率が、比較的急速に、そして簡便な方法で得られる。